(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2000-247748 (P2000-247748A)

(43)公開日 平成12年9月12日(2000.9,12)

(51) Int CL7

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

C 0 4 B 35/584

C04B 35/58

102D 4G001

審査請求 未請求 請求項の数7 OL (金 11 頁)

(21)出願番号

特顏平11-43863

(22)出願日

平成11年2月22日(1999, 2, 22)

(71) 出農人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市伏見区竹田爲羽殿町 6 器地

(72)発明者 田中 広一

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株

式会社総合研究所內

Fターム(参考) 4GD01 BAO3 BAO4 BAO8 BAO9 BA22

BA32 BA48 BA49 BA73 BB03

· BB04 BB08 BB09 BB22 BB32

BB48 BB49 BB51 BB67 BB73

BC13 BC54 BC57 BD14 BD16

BE11 BE22 BE23 BE26

(54) 【発明の名称】 高製性室化珪紫質焼結体

(57)【要約】

【課題】強度を維持しつつ高い破壊靭性値を有する窒化 珪素質焼結体を得る。

【解決手段】窒化珪素を60~99モル%と、周期律表第3a族元素を酸化物換算で1~10モル%と、A1を酸化物換算で0~10モル%と、不純物をSiO。換算で1~30モル%の割合で含有する窒化珪素質焼結体であって、平均長径が5~50μm、平均アスペクト比が5以上の窒化珪素柱状結晶粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の窒化珪素柱状結晶粒子が3~15体積%の割合で分散してなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化珪素を60~99モル%と、周期律表第3a族元素を酸化物換算で1~10モル%と、A1を酸化物換算で0~10モル%と、不純物的酸素をSiO。換算で1~30モル%の割合で含有する窒化珪素質焼結体であって、平均長径が5~50μm、平均アスペクト比が5以上の窒化珪素柱状結晶粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の窒化珪素柱状結晶粒子が3~15体積%の割合で分散してなることを特徴とする高朝性窒化珪素質焼結体。

【請求項2】平均粒径が1~5μmの窒化珪素以外の硬質粒子を0.5~25重量部の割合で分散含有してなる 請求項1記載の高靭性窒化珪素質焼結体。

【請求項3】前記窒化珪素以外の硬質粒子がTa、Nb、Mo、Wのシリサイド及びSiCの中から選ばれる少なくとも1種以上であることを特徴とする請求項2記載の高靭性窒化珪素質焼結体。

【請求項4】前記不純物的酸素の二酸化珪素換算の前記 周期律表第3 a族元素の酸化物換算量に対するモル比が 2以上であることを特徴とする請求項1万至3のいずれ か記載の高敏性窒化珪素質焼結体。

【請求項5】前記窒化珪素の結晶粒子の粒界に主として 前記不純物的酸素及び周期健長第3 a 族元素が存在し、 該粒界にはシリコンオキシナイトライド、モノシリケー ト及び、ダイシリケートからなる群より選ばれた少なく とも1種以上の結晶相が析出している請求項1又は請求 項4記載の高靭性窒化珪素質焼結体。

【請求項6】前記不純物的酸素の二酸化珪素換算の前記 周期律表第3a族元素の酸化物換算量に対するモル比が 2未満であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれ か記載の高朝性窒化珪素質焼結体。

【請求項7】前記室化珪素の結晶粒子の粒界に主として 前記不純物的酸素及び周期律表第3 a 族元素が存在し、 該粒界にはYAM、アパタイト、メリライト及び、ワラ ストナイトからなる群より選ばれた少なくとも1種以上 の結晶相が析出している請求項1又は静求項6配載の高 物性窒化珪素質焼結体。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、破壊靱性に優れ、特にピストン、シリンダー、バルブ、カムローラー、ロッカーアーム、ピストンリング、ピストンピンなどの自動車用部品や、ターピンロータ、ターピンブレード、ノズル、コンバスタ、スクロール、ノズルサポート、シールリング、スプリングリング、ディフューザ、ダクト、シュラウドなどのガスターピンエンジン用部品に好適に使用される高朝性窒化珪素質焼結体に関する。

100021

グセラミックスとして、特に熱機関構造用材料としてその応用が進められている。このような窒化珪素質焼結体は、窒化珪素粉末に対して周期健表第3a族元素酸化物等の焼結助剤を添加混合し、成形後、非酸化性雰囲気中で1500~200℃の温度にて焼成することにより得られている。

【0003】ところが、窓化珠素質焼結体は、優れた特性を有する反面、靱性は他のセラミック材料よりは高いものの、金属材料に比べると低いという問題を有している。そこで、この破壊靭性を高めるために、これまで窒化珪素結晶を針状、柱状化し、クラックの伸展を抑制する方法、あるいはウィスカーや強小粒子を添加し複合化する方法がとられてきた。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】上記の従来技術によれば、窒化珪素結晶を成長させ租大化することにより、アルアウト、クラックディフレクション、ボンディング等の効果により破壊靭性が向上するとされている。しかしながら、従来の方法では、クラックの進行に対し柱状化した租大粒子のみではその存在量が少ないために前述する効果が得られにくいために、破壊製性の向上効果が不十分であり、場合によっては、租大粒を起点としたクラックが発生しやすいために強度が低下するという問題があった。

【0005】また同様に、SiCなどの微小粒子を分散させる方法も、SiC粒子を多量に配合しないとその効果が得られにくく、またSiC量が多いと焼結性が低下するために高密度の焼結体が得られにくく、いずれも破壊物性の向上効果が不十分である。また、焼結性の低下により強度が劣化する等の問題があり決定的な対策には到っていないのが現状である。

[0006]

【課題を解決するための手段】本発明者は、破壊物性及び組織に対して検討を加えたところ、破壊報性の対して 窒化珪素粒子の柱状化した粗大粒子のみならず、粗大粒 子をとりまくマトリックス粒子を適量存在させ、そのマ トリックスを形成する結晶粒子の粒径を制御し、同時に 柱状の粗大粒子の粒径およびその量を制御することによ り、高い強度を有したまま、破壊初性を大きく向上でき ることを見いだし、本発明に至った。

【0007】即ち、本発明の高靱性窒化珪素質焼結体によれば、窒化珪素を60~99モル%と、周期律表第3 a族元素を酸化物換算で1~10モル%と、A1を酸化物換算で0~10モル%と、不純物的酸素をSiO2換算で1~30モル%の割合で含有するとともに、平均長径が5~50μm、平均アスペクト比が5以上の窒化珪素柱状結晶粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上でスペクト比が5以上の窒化珪素は状結晶粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上でスペクト比が5以上の窒化珪素は状結晶粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上でスペクト比が5以上の窒化珪素は状結晶粒

PAGE 9/43 * RCVD AT 1/4/2005 4:55:32 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/3 * DNIS:8729306 * CSID:4803855061 * DURATION (mm-ss):16-24

【0008】また、かかる焼結体においては、さらに、 窒化珪素以外の平均粒径が1~5μmの硬質粒子を0. 5~25里量部の割合で分散含有してもよく、その場合、前記硬質粒子としては、Ta、Nb、Mo、Wのシ リサイド及びSiCの中から選ばれる少なくとも1種以 上が好適である。

【0009】さらに、組成上、高温での耐酸化性を重視する場合には、前記不純物的酸素の二酸化珪素換算(SiO₂)の前記周期律表第3a族元素の酸化物換算量(RE₂O₃)に対するモル比(SiO₂/RE

2 O2)が2以上であることが望ましく、その場合、前記不純物的酸素及び周期律表第3a族元素が前記堂化珪素の結晶粒子の粒界に主として存在し、該粒界にはシリコンオキシナイトライド、モノシリケート及び、ダイシリケートからなる群より選ばれた少なくとも1種以上の結晶相が折出していることが望ましい。

【0010】また、高温強度を重視する場合には、前配 S102 / RE2 O3 のモル比が2未満であることが望ましく、その場合、前記不純物的酸素及び周期像楽第3 a族元素が窒化珪素の結晶粒子の粒界に主として存在し、該粒界にはYAM、アパタイト、メリライト及び、ワラストナイトからなる群より選ばれた少なくとも1種以上の結晶相が析出していることが望ましい。【0011】

【発明の実施の形態】本発明の窒化珪素質焼結体は、窒化珪素結晶を主成分として、その結晶の粒界を構成する主成分として、周期律表第3a族元素、不純物的酸素、場合によっては、A1を含む。ここで不純物的酸素とは、焼結体中の全酸素量から添加物として周期律表第3a族元素化合物とA1中に化学量論的に含まれる酸素を整し引いた残りの酸素の意であり、そのほとんどは窒化珪素原料に含まれる酸素、あるいは添加される酸化珪素として混入するものであり、これらは全てSi-Oの化学結合を含む、例えばSiO2として存在すると考えられる。

【0012】本発明によれば窒化珪素質焼結体は、組織的には、窒化珪素結晶を主結晶相とするものであるが、本発明の特徴は、この窒化珪素結晶粒子が、微小柱状結晶粒子(以下、単に粗大粒子という。)からなる分散相が存在することが重要である。そして、このマトリックスを構成する微小粒子は、平均長径が5~50μm、特に10~40μm、平均アスペクト比が5以上、特に10以上であり、この微小粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上、特に100μm以上、アスペクト比が5以上、特に10以上であり、この微小粒子からなるマトリックス中に、長径が80μm以上、特に100μm以上、アスペクト比が5以上、特に10以上の粗大粒子が3~15体積%、特に5~10体積%の割合で存在することが重要である。

は平均アスペクト比が5よりも小さいと、高い破壊制性 が得られず、50μmよりも大きいと、強度が低下する ためである。

【0014】一方、長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の粗大粒子の豆が3体積%よりも少ないと、破壊靱性の向上効果が得られず、15体積%よりも多いと、これらの粗大粒子が破壊源となり、強度が劣化するためである。

【0015】なお、この組大粒子の存在割合は、焼結体の断面による走査型電子顕微鏡写真(SEM)から、長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の租大粒子の占める面積比率を体積比率として求めることができる。【0016】マトリックスとは、上記長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の租大粒子以外の粒子群の総称であって、上配租大粒子以外の結晶粒子の長径の平均値およびアスペクト比の平均値を求めたものである。

【0017】本発明における焼結体の具体的組成としては、窒化珪素を60~99モル%と、周期律表第3a族元素を酸化物換算で1~10モル%と、A1を酸化物換算で0~10モル%と、不純物的酸素をSiO2換算で1~30モル%の割合で含有する。これは、窒化珪素量が60モル%より少ないと高温強度が発揮されず、周期律表第3a族元素が1モル%未満では緻密化が不十分であり、10モル%を超えると高温強度及び高温耐クリープ性が劣化する。また、不純物的酸素が1モル%よりも少ないと、焼結性が劣化し、緻密化不足となり、30モル%よりも多いと高温強度及び高温耐クリープ性が劣化するためである。

【0018】また、かかる焼結体において、高温での耐酸化性を重視する場合には、前記不純物的酸素の二酸化珪素換算(SiO₂)の前記周期律表第3a族元素の酸化物換算量(RE₂O₈)に対するモル比(SiO₂/RE₂O₈)が2以上、特に2.1以上であることが望ましく、その場合、前記不純物的酸素及び周期律表第3a族元素が愛化珪素の結晶粒子の粒界に主として存在し、該粒界にはモノシリケート、ダイシリケート、およびシリコンオキシナイトライドの群から選ばれる少なくとも1種の結晶相が析出していることが望ましい。

【0019】但し、シリコンオキシナイトライド結晶相は登化珪素結晶と類似の特性を有するが、その量が多くなると登化珪素の柱状化を阻害し、破壊靱性値を低下させる恐れがあることから、さらに望ましくは、モノシリケートあるいはダイシリケート相が主として折出するのがよい。

【0020】また、高温強度を重視する場合には、前記 SiO_2 / RE_2O_3 のモル比が2未満、特に1.8以下であることが望ましく、その場合、前部不純物的酸素

PAGE 10/43 * RCVD AT 1/4/2005 4:55:32 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/3 * DNIS:8729306 * CSID:4803855061 * DURATION (mm-ss):16-24:

ライト及び、ワラストナイトの群から選ばれる少なくと も1種の結晶相が析出していることが望ましい。

【0021】さらに、本発明によれば、破壊制性や強度の改善のために、さらには、前記室化珪素、周期律表第3a族元素酸化物、酸化アルミニウム、酸化珪素からなる窒化珪素成分100重量部に対して、平均粒径が1~5μmのTa、Nb、Mo、Wのシリサイド及びSiCの中から選ばれる少なくとも1種以上の砂質粒子を0.5~25重量部の割合で分散含有することもできる。

【0022】本発明によれば、上記のように、窒化珪素 質焼結体の租大粒子及びマトリックスの粒子の粒径及び アスペクト比を制御することにより、租大粒子のみでは 効果が少なかったクラックディフレクション等の効果 が、柱状の微小粒子からなるマトリックスにより増大さ れる結果、強度を低下させることなく、破壊靭性を改善 することができる。さらに、前記硬質粒子はクラックの 進展を妨げる効果があることから、さらに破壊靭性を向 上できる。

【0023】次に、本発明の窒化珪素質複合材料を製造する場合の方法について説明すると、まず出発原料として、窒化珪素粉末、周期律表第3a族元素酸化物、あるいは場合により酸化アルミニウム、酸化珪素粉末を添加してなる。また添加形態として周期律表第3a族元素酸化物とSiO2からなる化合物、または窒化珪素と周期律表第3a族元素酸化物とSiO2の化合物粉末を用いることもできる。用いられる窒化珪素粉末は、α型、β型のいずれでも使用することができ、その平均粒子径は0.4~1.2μmが適当であり、直接窒化法、イミド分解法などのいずれの製法によるものであってもかまわない。また、粗大粒子形成用として、平均粒径が3~5μmの粉末を混合することも可能である。

【0024】本発明によれば、これらの粉末を用いて、前述したような組成を満足するように調合する。調合に際して前述したSi〇2 /RE2 O3 比を制御する場合、愛化珪素中に不可避に含まれる酸素をSi〇2 分あるいは製造過程で吸着される酸素分等を考慮して周期律表第3 a族元素酸化物量を決定するが、場合によってはSi〇2 粉末を添加して調整すればよい。さらには、平均粒径が1~5μmのTa、Nb、Mo、Wのシリサイド及びSiСの中から選ばれる少なくとも1種以上の硬質粒子粉末を前記窒化珪素、周期律表第3 a族元素酸化物、酸化アルミニウム、酸化珪素からなる窒化珪素成分100重量部に対して、0.5~25重量部の割合で添加する。

【0025】上記の割合で各粉末を秤量後、振動ミル、回転ミル、バレルミルなどで十分に混合した後、混合粉末を所望の成形手段、例えば、金型プレス、鋳込み成紙 排泥成形 畑1.出1.成形 射出成形 冷間粉水圧プ

S)により焼成することによって相対密度95%以上に 緻密化することが出来る。本発明によれば、マトリック スの柱状化を促進し、アスペクト比を高めるとともに、 さらに適量の粗大粒子を生成させるためには、まず一次 焼成として、0.5~2.0気圧の窒素等囲気中におい て、1600~1800℃で3時間以上保持して一次焼成して、緻密化を抑制しつつ窒化珪素のα→β転移を行って粗大粒子の核となる長径2μm以上のβ型窒化珪素 を析出させる。

【0027】次いで、一次焼成後の焼結体をSiO、A 1 (g)、A12 〇等の焼結促進ガスを含有する窒素ガス圧2.0~100気圧の雰囲気中にて、1800~200℃の温度で二次焼成する方法が有効である。この時のSiOガスは、成形体とともにSi粉末とSiО2粉末との混合粉末を配置することによりSiOガスを発生できる。また、A1、A12 〇3 粉末あるいはA12 ○3+Y2 ○3 など混合粉末を配置することにより発生できる。

【0028】このSiOガスやA1、A1。Oガスが存在しないと、液相成分の分解が多くなり、特に、焼成時にSiOガスがない場合、焼結体外周部のシリコンオキシナイトライド結晶が分解しやすくなり、表層より数mm程度の部分に分解層が生成し色調整が生じる場合がある。

【0029】ここで一次焼成の焼成温度が1600℃より低いと組織全体が租大化し級密化せず、1800℃よりも高いと分解が多く緻密化を阻害する。特に1630~1770℃で焼成することが望ましい。また、窒素圧が2.0気圧よりも高いと、高圧のガスが試料内部に閉じ込められ、焼結を阻害する。

【0030】また、二次焼成の焼成温度が1800℃よりも低いと、緻密化を促進することができず、焼成温度が2000℃を越えると窒化珪素結晶が粒成長し、強度劣化を引き起こす。この時の窒素圧が2.0気圧よりも低いと分解が生じSiが折出する。

【0031】さらには、上記のようにして作製した焼結体をN2ガスやArガスなどによる1000気圧以上の圧力下で1500~1900℃の温度で熱荷静水圧焼成(HIP)法により処理することによりさらに緻密化を高めることができる。

【0032】さらに、上記の焼成後の冷却過程で焼成温度から1000℃までの温度範囲を200℃/hr以下の速度で徐冷するか、または焼結体をN₂ 雰囲気中で1000~1700℃で熱処理することにより粒界相の結晶化を促進し特性のさらなる改善を行うことができる。【0033】さらに高い寸法精度が要求される場合に

は、窒化珪素粉末の一部または全部をSi粉末に置き換えて成形体を作動し、これを容素含有雰囲気中、800

PAGE 11/43 * RCVD AT 1/4/2005 4:55:32 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/3 * DNIS:8729306 * CSID:4803855061 * DURATION (mm-ss):16-243

:(5)000-247748 (P2000~L妆苅

とにより、焼成時の収縮を小さくすることが出来る。 【0034】

【実施例】原料粉末として窒化珪素粉末A(平均粒径 0.7μm、BET比表面積9m²/g、α率98%以上、酸素量1.1重型%)と、窒化珪素粉末B(平均粒径4μm、BET比表面積3m²/g、α率98%以上、酸素量1.1重量%)と、周期律表第3a族元素酸化物(RE203)粉末および酸化珪素(S102)粉末、酸化アルミニウム(A1203)粉末、平均粒径が2~3μmの炭化珪素粉末、TaSi2、NbSi2、MoSi2、WSi2、SiCの各粉末を用いて、これらを遺量混合しメタノールを溶媒として窒化珪素ボールを用いて120時間回転ミルで混合粉砕し、スラリーを乾燥後、直径60mm、厚み20mmの形状に3t/cm²の圧力でラバープレス成形した。

【0035】そしてかかる成形体を表1、2、3に示す温度にて一次焼成および二次焼成を行った。なお焼成にあたっては、一次焼成は、窒素1気圧とし、その焼成炉内に、 Si/SiO_2 混合粉末を配置してSiOガスを発生させた。また、二次焼成は、窒素10気圧中で Si/SiO_2 混合粉末を配置してSiOガスを発生させ、窒素ガス加圧焼成(GPS)を行った。

【0036】なお、泰1中のGPS÷HIPは、上記GPS条件で焼成後、1700℃、窒素圧2000atmで1時間熱面静水圧焼成したものである。

【0037】得られた焼結体に対してアルキメデス法による比重から対理論密度比を算出するとともに3×4×

40mmのテストビース形状に切断研磨し、JIS-R 1601に基づき室温強度およびJIS-R1604に基づき1500℃での4点曲げ抗折強度試験を実施し、JIS-R1607に基づき破壊韧性値の測定を実施した。破壊靭住またX線回折測定により焼結体の粒界相の結晶を同定し、主結晶相および副結晶相を決定した。【0038】なお、表1、2、3中の不純物的酸素量は、焼結体を粉砕し化学分析によって酸素量を求め、添加した周期律表第3a族元素酸化物中の酸素量を求め、添加した周期律表第3a族元素酸化物中の酸素量及びA1。○2の酸素量を除いた酸素量をSiO2換算したものである。また大気中1500℃で100時間放置した前後の重量変化を測定し酸化重星増を測定した。但し、室温強度が600MPa以下のものについては、1500℃強度、破壊靱性の測定および酸化重量増の測定は目的

【0039】また、組織については、各焼結体の断面をエッチングした後、走査型電子顕微鏡写真から、長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の鍵化建素粒子の面積比率を求め、これを体積比率とした。そして、それら粗大粒子の平均長径と平均アスペクト比を計算した。さらに、上記長径が80μm以上、アスペクト比が5以上の結晶粒子以外の壁化珪素結晶粒子について平均長径と平均アスペクト比を計算した。また、焼成前と焼成後の寸法差から収縮率を求めた。

【0040】 【表1】

に適さないため省略した。

(6) 000-247748 (P2000-48

										
糊		組	成	(Æ.	(کرهماد		SiO ₂	焼式	ALC C	烧成为往
1		. N.			1	1	1-	—		-1
No	. A	В	RE ₂ O ₂		Al ₂ 0 ₅	S10 ₂	RE ₂ D ₂	一次		
1	1 91.5	5.4		1	(0.01			1750	1950	œs
	2 81.5	5,0	lu ₂ 0 ₃	3	<0.01	7.5	2.5	1750	1950	GPS
3	3 70.5	5,0	Lu _s O _s	7	<0.01	17, 5	2.5	1750	1950	CPS
4	-	5.0) Lu ₂ O ₃ 1	O,	(0.01	25.0	2.5	1750	1950	GPS
* 5	,	,		1	<0,01	0.25		1750	1950	GPS .
* 6	42.5	5.0	Lu _z O ₅ 1	5	(0.01	37.5	2.5	1750	1960	GPS
7		5.0		3	1	7.5	2.5	1750	1800	GPS
8		5.0	lu203	3	5	7, 5	2,5	1750	1800	QPS
9	1	5.0	Lu ₂ 0 ₃	3	10	7. 5	2.5	1750	1800	GPS
*10	69,5	5.0	Lu ₂ O ₂	3	15	7. 5	2.5	1750	1800	GPS
11	89.0	5.0	lu _z 0 ₃ 3	3	<0,01	3.0	1.0	1750	1960	GPS
12		5.0		3	<0,01	4.5	1.5	1750	1950	œs
13	85.7	5.0	lu ₂ O ₂ 3	3	<0.01	6.3	21	1750	1950	CPS
14	83.0	5.0	Lu ₂ O ₃ 3	3_	<0.01	9.0	3.0	1750	1950	GPS
15	84.5	5,0	Y ₂ O ₃ 3	1	40,01	7.5	2,5	1750	1960	œs
16	84.5	5.0	Yb ₂ O ₃ 3		⟨U OI	7.5	25	1750	1950	GPS .
17	84.5	5.0	Er20, 3		<0, D1	7. 6	2.5	1750	1950	GPS
18	84.5	5.0	Dy ₂ O ₃ 3		(0.01	7.6	25	1750	1960	GPS
19	84.5	5,0	Ho₂O₃ 3		<0.01	7.5	2.5	1750	1950	CPS
20	84.5	5,0	To ₂ O ₂ 3		40.01	7. 5	2.5	1750	1950	CPS
21	84,5	5.0	Sc ₂ O ₂ 3		40. 01	7.5	2.5	1750	1	GPS [
22	84.5	5.0	Thu ₂ O ₃ 3		40.01	7.5	2,5	1750	1950	GPS
*23	84.5	5.0	lu ₂ O ₃ 3		40 ,01	7.5	2.5			GPS
24	84L5	5.0	$1n^{5}0^{2}$ 3		40.01	7.5				OPS
25	84.5	5.0	Lu ₂ O ₃ 3		CO. 01	7.5				GPS
*26	84.5	5.0	In ² O ² 3		40, 01	7.5	2.5	1850	1960	CP S
*27	84.5	5,0	Lu ₂ O ₅ 3		Q 01	7.5		1750	1780	2 PS
28	84.5	5.0	Lu ₂ O ₅ 3		00,01	7.5	2.5	1750	1850 (3 PS
*29	84.5	5.0	Lu ₂ O ₂ 3		40.01	7.5				2 PS
30	84.5	5.0	Lu ₂ O ₅ 3		CD. 01	7.5				PSHIIP
	L									

*月時本発明の範囲外の診断を示す。

[0041]

【表2】

!(7)000-247748(P2000-劭苅

糙	¥	組	成	F)	E/1/%)		SiO ₂	硬	(社)	炉)更重	ン焼き	Ł
i	Si	. N4	1		1	1		-		<u> </u>	1	一方	Ė
Nο	. A	В	RE ₂ O	3	Al _s O _s	SiO	RCO.	(Etc	协	~~X	(⊐		•
3	1 91.5	5.0	Ln2O	, 1	⟨0,0	1 2	5 2.5	SIC	5	1750	195	o ces	_
1 3:	2 84.5	5,0) Lu ₂ 0:	. 3	<0.01	L 7.1	5 25	Sic	٤	1750	1950) ees	
3	3 70.5	5.0	Lu ₂ O	. 7	<0.03	1 17. 8	2.5	SiC	8				
34	4 60.0	5.0			₹0.01			SiC	Ē				
*3	5 94.65	5.0			₹0.01			Sic	5		1		
*34	3 42.5	5.0	Lu ₂ O ₀	15	<0.01	37. 8	25	SiC	5	1750	1960	(2 8	
37	83.5	5.0	1220s	3	1	7.5	2.5	Sic	5	1750	1800	GPS	Ī
38	79.5	5.0	Lu ₂ O ₂	3	5	7. 5		SiC	5		1800	CPS.	
39	74.5	5.0			10	7.5	3	SiC	5				
*40		5.0			15	7.5	,	SiC	5		,	ž.	
41	89,0	5.0	L11203	3	<0.01	3.0	1.0	SiC	5	1750	1950	GPS	1
42	87.5	5.0	Lu ₂ O ₂	3	40.01	4.5		SiC	5			ŒS	ı
43	85.7	5,0	LusOs	3	(0.01	6.3	,	SiC	5			2	ı
44	83.0	5.0	Lu ₂ O ₂	3	40.01	9.0		SiC	Б	1750		œs	
45		5.0	Y ₂ O ₃	3	40.01	7.5	25	SiC	5	1750	1950	ŒS	1
46	84.5	5,0	Yb ₂ O ₃	3	(0.01	7.5	2.5	SiC	5	1750	1950	GPS	ĺ
47	84.5	5.0	Er ₂ O ₃	3	(0.01	7.5	2.5	SiC	5	1750	1950	GPS	l
48	84.5	5.0	Dy ₂ O ₂	3	40.01	7,5	2.5	SiC	5	1750	1950	CPS	1
49	84.5	5.0	Ho₂O₃	3	<0.01	7.5	2.5	Sic	5	1750	1950	œs	l
50	84.5	8,0	TozOs	3	40.01	7.5	2.5	SiC	5	1750	1950	æs	l
51	84.5	5.0	Sc ₂ O ₂	3	(0, 01	7.5	2.5	SiC	5	1750	1320	CPS	۱
52	84.5	5.0	Îm ₂ O ₃	3	00.01	7,5	2.5	SiC	5	1750	1950	GPS	
53	84.5	5.0	Lu ₂ 0,	3	40.01	7.5	2.5	SiC	1	1750	1960	æs	ĺ
54	84.5	5.0	$L_{11}^{2}O_{3}$	3	(O, D)	7.5	25	SiC	10	1750	1950	GPS	
55	84.5	5.0	Tn ³ O ³	3	(CL 01	. 7.5	2,5	SiC	20	1750	1950	GPS	
56	84.5	5.0	Lu₂O₃	3	40.01	7.5	2.5	TaSi.		1750	1950	œ	
57	84.5	5.0	Tri*O*	3	40.01	7.5	2,5	Nisi:	5	1750	1950	œs	
58	84.5	5.0	Lu ₂ 03	3	√0.01	7.5	2.5	MoSi ₂	5	1750	1950	OPS	
59	84,5	5.0	Lu _z O ₃	3	40,01	7.5	25	WSi ₂	δ	1750	1950	OPS	
60	83.5	5.0	Lu ₂ O _s	3	1	7.5	2,5	SiC	1	1750	1950	ers	
61	83.5		$111^{2}0^{3}$	3	1	7.5	2.5	StC	10	1750	1950	GPS	
62	83.5	5.0	11120	3	1	7.5	2.5	SiC	20	1750	1960	GPS	
	i			ŀ									

*印は本発明の殺匪外の計解を示す。

[0042]

【表3】

!(8) 000-247748 (P2000-148

300	a:	超		龙 (7	11%	SiO ₂	硬與粒子	烧成	直交 C			
Na	A	₀Ν, B	Si	RE ₂ O ₂		¥J2O3	SiO.	RE ₂ O ₈	(市東部)	一次	二次	施
63	64.5	5,0	20	Lu _z O _s	3	<0.01	7.5	2.5	1	1750	1960	G#5
64	84.5	5.0	50	LugOs	3	<0.01	7.5	2.5		1750	1950	GPS
65	14.5	5.0	70	Ľu₂O _s	3	(0,01	7.5	2.5		1750	1950	GPS
66	0	5.0	84.5	LugOs	3	<0.01	7.5	2.5		1750	1960	CPS
67	64.5	5.0	20	ไม₂О₃	3	<0.01	7.5	2.5	SiC 5	1750	1950	œs
68	34.5	5.0	50	Lu ₂ O ₅	3	<0.01	7.5	2.5	SiC 5	1750	1960	CPS
69	14.5	5.0	70	Lu ₂ O ₅	3	⟨0,01	7.5	2.5	SiC 5	1750	1950	GPS
70	0	5.0	84.5	[π ⁵ Ω ²	3	<0.01	7.5	2.5	SiC 5	1750	1950	æs
71	79.5	10.0	a	Lu ₂ O ₃	9	(0, 01	7.5	2.5		1750	1950	GPS
72	74.5	10.0	0	Lu ₂ O ₃	3	5	7.5	2.5		1750	1800	CPS
73	79.5	10.0	0	Lu _z O _z	3	<0.01	7,5	2.5	SiC 5	1750	1950	CPS
74	74.5	10,0	0	โมลูปิล	3	. 5	7,5	2.5	SiC 5	1750	1800	CPS
75	59.5	10.0	20	Lu ₂ O ₂	3	<0.01	7.5	2.5		1750	1950	CPS
76	69, 5	10.0	20	Lu ₂ 0 ₂	3	40.01	7.5	2.5	SiC 5	1750	1950	œs

[0043]

Jan. 4. 2005 2:58PM

【袭4】

!(9) 000+247748 (P2000-5N48

酚	対理		リックス		分散	相	柳	強度 (MPa	砂酸	10第		収縮
	皮比	平均		平均	平均次	体和		1500°C	1	増		字
	1	長経	小比	慢径	小比	比平			(MPa∙	(mg/	r	
No	. (%)	(μm)	İ	(µ m)		体铁)		m1/2)	යාව		(%)
	97	40	15	120	12	5	530	400	9.0	0.08	ダイシ クケート	18
- 2	2 100	30	15	130	18	8	750	500	9,5	0.10	41/11/	20
2	3 100	27	13	135	20	10	730	460	9.2	0.11		20
4	.	20	13	130	17	10	700	430	9.0	0.09	ダインタケート	20
* 5		70	10	150	20	20	430	—		 -	ダイシリケート	14
* 6	100	15	10	-		Ó	700	320	6.0	C. 13	サインタナート	20
7	1	27	17	126	18	10	800	250	9.3	0.90		20
. 8		25	15	130	18	12	760		9,1	_	<u> </u>	20
9	100	20	12	140	20	14	700		8.5			20
*10	100	3	10	140	20	16	660	 	6.5			20
-11	100	35	18	135	18	10	850	600	9.8	1.05	1954}	20
12	100	40	17	130	18	8	790	580	9,6	0.40	YAH17/9/1	20
-13	100	35	16	130	17	9	770	510	9.3	0. 15	1/13/1/-	20
14	100	20	13	100	16	7	750	430	8.8	0,07	\$13/15 - 1	20
15	100	25	13	140	20	10	790	400	9. 2	0. 10	<i>ቻና/ዓታ</i> }	20
16	100	27	15	130	18	10	750	430	9.4	0.08	ダイシリケート	20
17	100	28	15	130	18	8	750	420	9.2	0,09	ダイシタケート	20
18	100	30	17	135	20	10	720	400	9.1	0.08	ダインタケート	20
19	100	30	15	120	18	8	700	400	9.2	0,09	81395	20
20	100	25	18	120	18	8	720	420	9.3	0.10	<i>\$64</i> }}-	20
21	100	35	17	130	18	11	750	470	- 1	0.09	ダインタケート	20
22	100	30	15	120	16	8	720	430	9.2	0.10	<i>ፃናብት</i>	20
23	94	60	12	90	13	5	530		1		ダイシリケート	13
24	100	10	-10	95	15	7	780	520			<i>\$45/97</i> -}	20
25	100	40		136	22	13	700	430	10.0		<i>\$1395</i> -}	20
26	90	70	18	85	20	10	470			-	94595 - 1	10
27	92	60	17	ap	19	8	500	— I			<i>945/95</i> -}	12
28	100	15	12	90	15	8	800	530	8.3		96/95 +	20
29	100	60		200	25	25	500	_			7/2/1/2-1	20
30	100	30	15	130	18	8	850	560	9.3	10	41795 -1	20

*日本発明の範囲外の政科を示す。

[0044]

【表5】

(10))00-247748 (P2000-複期

歴史 平均 平均 平均 平均 平均 平均 平均 平										+			
歴史 平均 平均 平均 平均 平均 平均 平均 平	政科		45	リックス	:	分散。	相	描	強致 (MPa				机
No. (29)	 								1500°C		増		3
32 100 35 17 140 20 10 720 480 9.7 0.09 月子子 33 100 32 15 135 20 11 700 450 9.5 0.11 月子子 34 100 25 15 136 18 11 580 360 9.3 0.10 月子子 34 100 25 15 160 21 23 480 9.3 0.10 月子子 月子子 37 100 30 18 130 18 12 760 210 9.5 0.95 38 100 28 18 135 20 14 750 9.5 0.95 39 100 18 11 120 18 12 730 9.0 9.0 9.0 11 100 41 100 130 14 4 700 6.1 9.0 9.0 1.10 月子子 100 35 18 125 17 7 800 570 9.8 0.48 月子子 14 100 23 14 110 16 7 780 450 9.2 0.08 月子子 12 15 8 780 550 9.6 0.12 月子子 12 15 8 780 550 9.6 0.12 月子子 12 15 8 780 530 9.5 0.10 月子子 12 15 17 12 780 440 9.7 0.09 月子子 12 140 15 17 12 780 440 9.7 0.09 月子子 12 140 15 17 12 780 440 9.7 0.09 月子子 12 140 15 17 12 780 440 9.7 0.09 月子子 12 140 15 15 15 15 17 12 15 18 15 17 12 100 35 18 135 18 10 760 450 9.5 0.10 月子子 12 12 12 13 13 13 13 13	No.	(%)	(mm)		(µm)					n1/2)		1	00
33 100 32 15 135 20 11 700 450 9.5 0.11 4/3/h + 34 100 25 15 135 18 11 580 360 9.3 0.10 4/3/h + 35 90 65 15 160 21 23 450								,					15
34 100 25 15 135 18 11 680 360 9.3 0.10 4/59か- 20 21 23 480								r					20
**35 90 65 15 160 21 23 490 — — 7697— 358 100 18 12 — 0 580 350 6.5 0.12 /4497— 38 100 28 18 135 20 14 780 — 9.5 — 2.5 — 38 100 28 18 135 20 14 780 — 9.0 — 9.5 — 2.5 —									4				20
**36 100 18 12 0 530 350 6.5 0.12 1499-1 137 100 30 18 130 18 12 760 210 9.6 0.95 2 2 2 2 2 2 2 2		1							360	9.3	0, 10		20
37 100 30 18 130 18 12 760 210 9,5 0,95					160	21				l —	-		10
100 28 18 135 20 14 760	*36	100	18	12			0	580	350	6.5	0. 12	ダイシクケート	20
100 18							12		210	9.5	0, 95		20
##40 100 4 10 130 14 4 700 — 6.1 — 2 41 100 40 20 130 19 11 830 500 9.9 1.10 パライト 2 42 100 35 18 125 17 7 800 570 9.8 0.48 ソルド・プタイト 2 43 100 30 15 120 15 8 780 530 9.6 0.12 パラケート 2 44 100 23 14 110 16 7 780 450 9.2 0.08 パクケート 2 45 100 30 15 140 18 12 780 400 9.4 0.11 パクケート 2 46 100 30 17 135 17 12 780 440 9.7 0.09 パクケート 2 47 100 35 18 136 18 10 760 430 9.5 0.10 パクケート 2 48 100 35 19 140 22 12 700 400 9.4 0.10 パクケート 2 49 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 パクケート 2 49 100 35 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 パラケート 2 50 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 パラケート 2 51 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 パラケート 2 52 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 パクケート 2 53 100 30 15 120 18 8 750 500 9.8 0.10 パクケート 2 54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 パクケート 2 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 パクケート 20 56 100 30 15 120 18 8 750 500 9.2 0.13 パクケート 20 56 100 30 15 120 18 8 750 500 9.2 0.13 パクケート 20 56 100 30 15 120 18 8 750 500 9.2 0.13 パクケート 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 パクケート 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 パクケート 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00								760				 	20
41 100 40 20 130 19 11 830 600 9.9 1.10 3971 2 42 100 35 18 125 17 7 800 570 9.8 0.48 YAMF7-941 2 43 100 30 15 120 15 8 780 530 9.6 0.12 1/3/9/-1 2 44 100 23 14 110 16 7 780 450 9.2 0.08 1/3/9/-1 2 45 100 30 17 135 17 12 780 440 9.7 0.09 1/3/9/-1 2 46 100 30 17 135 17 12 780 440 9.7 0.09 1/3/9/-1 2 48 100 35 18 126 18 10 760 430 9.5 0.10 1/3/9/-1 2 48 100 35 18 130 20 10 690 400 9.4 0.11 1/3/9/-1 2 49 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 1/3/9/-1 2 50 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 1/3/9/-1 2 51 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 1/3/9/-1 2 52 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 1/3/9/-1 2 53 100 30 16 120 18 8 750 500 9.3 0.08 1/3/9/-1 2 53 100 30 16 120 18 8 750 500 9.3 0.08 1/3/9/-1 2 54 100 30 15 120 18 8 750 500 9.3 0.08 1/3/9/-1 2 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 1/3/9/-1 20 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 1/3/9/-1 20 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 1/3/9/-1 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 1/3/9/-1 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 1/3/9/-1 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 1/3/9/-1 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 1/3/9/-1 20 58 100 20 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 1/3/9/-1 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 1/3/9/-1 20 60 100 20 13 100 15 8 8 870 200 8.8 1.00 ——— 20 61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 ——— 20							•		! —		—		20
100 35 18 125 17 7 800 570 9.8 0.48 YAHF1/サイト 243 100 30 15 120 15 8 780 530 9.6 0.12 ポタサート 244 100 23 14 110 16 7 780 450 9.2 0.08 ポタサート 245 100 30 17 135 17 12 780 440 9.7 0.09 ポタサート 247 100 35 18 135 18 10 760 430 9.5 0.10 ポタサート 248 100 35 19 140 22 12 700 400 9.4 0.11 ポタサート 248 100 35 18 130 20 10 680 400 9.5 0.10 ポタサート 248 100 35 18 130 20 10 680 400 9.5 0.10 ポタサート 248 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 ポタサート 248 100 30 18 130 19 10 700 410 9.6 0.09 ポタサート 248 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ポタサート 248 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ポタサート 248 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポタサート 248 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポタサート 248 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポタサート 248 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポタサート 248 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 オタサート 250 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 オタサート 250 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ポタサート 250 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ポタサート 250 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ポタサート 250 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95	*40	100	4	10	130	14	4	700	—	6.1	-		20
100 30 15 120 15 8 780 530 9.6 0.12 月子りー 2 44 100 23 14 110 16 7 780 450 9.2 0.08 月子りー 2 45 100 30 15 140 18 12 780 440 9.7 0.09 月子りー 2 47 100 35 18 136 18 10 760 430 9.5 0.10 月子りー 2 48 100 35 18 136 18 10 760 430 9.5 0.10 月子りー 2 48 100 35 18 130 20 10 850 400 9.4 0.10 月子りー 2 49 100 35 18 130 20 10 850 400 9.5 0.10 月子りー 2 49 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 月子りー 2 2 2 12 720 450 9.7 0.10 月子りー 2 2 2 2 2 2 2 2 2								830	500 I	9.9	1. 10	<i>397</i> 41·	20
44 100 23 14 110 16 7 780 450 9.2 0.08 ドイッケー 2 45 100 30 15 140 18 12 760 400 9.4 0.11 ゲイッケー 2 46 100 30 17 135 17 12 780 440 8.7 0.09 デイッケー 2 47 100 35 18 126 18 10 760 430 9.5 0.10 ゲイッケー 2 48 100 35 19 140 22 12 700 400 9.4 0.10 ゲイッケー 2 49 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 ゲイッケー 2 50 100 30 19 125 19 10 700 400 9.6 0.09 ゲイッケー 2 51 100 30 18 130 19 10 700 400 9.6 0.09 ゲイッケー 2 52 100 40 20 135 20 12 720 460 9.7 0.10 ゲイッケー 2 53 100 30 16 120 18 8 750 500 9.7 0.10 ゲイッケー 2 54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ゲイッケー 2 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 ゲイッケー 19 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.8 0.10 ゲイッケー 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 ゲイッケー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ゲイッケー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ゲイッケー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ゲイッケー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ゲイッケー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ゲイッケー 20 58 100 40 19 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ゲイッケー 20 50 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ゲイッケー 20 51 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20										9.8		YAN-7/9/1	20
45 100 30 15 140 18 12 780 400 9.4 0.11	•) /									D. 12		20
46 100 30 17 135 17 12 780 440 8.7 0.09 学行かー 2 47 100 35 18 136 18 10 760 430 9.5 0.10 学行かー 2 48 100 35 19 140 22 12 700 400 9.4 0.10 学行かー 2 49 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 学行かー 2 50 100 30 19 125 19 10 700 400 9.6 0.09 学行かー 2 51 100 30 18 130 19 10 700 410 9.6 0.09 学行かー 2 52 100 40 20 135 20 12 720 460 9.7 0.10 学行かー 2 53 100 30 16 120 18 8 750 500 9.3 0.08 学行かー 20 54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 学行かー 20 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 学行かー 19 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 学行かー 19 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 学行かー 19 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 学行かー 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 学行かー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 学行かー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 学行かー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 学行かー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 学行かー 20 56 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 学行がー 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 — 20 61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20	44	100	23	14	110	16	7	780	450	9.2	0.08	\$4295-1	20
47 100 35 18 136 18 10 760 430 9.5 0.10 4/3/カー 248 100 35 19 140 22 12 700 400 9.4 0.10 4/3/カー 249 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 4/3/カー 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.10 4/3/カー 20 15 19 10 700 450 9.8 0.09 ポパカー 20 15 58 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポパカー 20 15 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.10 ポパカー 20 15 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ポパカー 20 15 18 130 19 10 700 450 9.8 0.10 ポパカー 20 15 100 15 6 780 520 9.2 0.13 ポパカー 20 15 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ポパカー 20 15 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 ポパカー 20 16 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 ポパカー 20 16 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 ポパカー 20 16 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 10 10 37 カー 20 10 10 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ポパカー 20 10 10 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 10 10 37 カー 20 10 10 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 10 10 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 10 10 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10													20
48 100 35 19 140 22 12 700 400 9.4 0.10 パッカー 22 19 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 パッカー 22 15 19 10 700 400 9.6 0.09 パッカー 22 15 100 30 18 130 19 10 700 410 9.6 0.09 パッカー 22 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ポッカー 22 100 40 18 130 18 10 700 410 9.8 0.09 パッカー 22 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポッカー 22 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポッカー 20 155 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 ポッカー 19 15 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 ポッカー 19 56 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 ポッカー 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ポッカー 20 60 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 ポッカー 20 60 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.96 — 20 60 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.96 — 20													20
49 100 35 18 130 20 10 690 400 9.5 0.10 ダイラナート 20 100 30 19 125 19 10 700 400 9.6 0.09 ガイラナート 20 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ガイラナート 20 100 40 18 130 18 10 700 410 9.6 0.09 ガイラナート 20 100 40 18 130 18 10 700 450 9.7 0.10 ガイラナート 20 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ガイラナート 20 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ガイラナート 20 100 30 15 120 17 12 680 450 10.0 0.08 ガイラナート 19 150 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 オイラケート 20 10 10 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ガイラナート 20 10 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ガイラナート 20 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ガイラナート 20 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 10 100 15 6 750 300 9.7 0.95 — 20 10 100 15 6 750 300 9.7 0.95 — 20 100 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20 100 100 100 100 100 100 100 100 100													20
50 100 30 19 125 19 10 700 400 9.6 0.09 ポッツート 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ポッツート 20 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ポッツート 20 20 20 20 20 20 20 2													20
51 100 30 18 130 19 10 700 410 9.6 0.09 サバサー 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 サバサー 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 サバサー 20 15 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 サバサー 20 15 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 サバサー 20 15 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 サバサー 20 15 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 サバサー 20 16 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 サバサー 20 16 100 35 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 — 20 61 100 35 20 19 13 750 300 9.7 0.96 — 20 20													20
52 100 40 20 135 20 12 720 450 9.7 0.10 ポインケート 20 53 100 30 16 120 18 8 750 500 9.3 0.08 ポインケート 20 54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 ポインケート 20 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 ポインケート 19 56 100 30 16 120 18 8 750 500 9.4 0.10 ポインケート 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 オインケート 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 ポインケート 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 ポインケート 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8			1										20
53 100 30 15 120 18 8 750 500 9.3 0.08 4/3/5-+ 20 54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 4/3/5-+ 20 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 4/3/5-+ 19 56 100 30 15 120 18 8 750 500 9.4 0.10 4/3/5-+ 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 4/3/5-+ 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 4/3/5-+ 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 4/3/5-+ 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 — 20 61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.96 — 20													20
54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 近々が十十 20 55 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 大々が十十 19 56 100 30 15 120 18 8 750 500 9.4 0.10 大々が十十 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 大々が十十 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 大々が十十 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 大々が十十 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 — 20 61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.96 — 20	52	100	40	20	135	20	12	.720	460	9.7	0. 10	81347 -1	20
54 100 40 18 130 18 10 700 450 9.8 0.10 外が十 20 155 98 45 21 120 17 12 680 450 10.0 0.08 外が十 20 15 6 100 30 15 120 18 8 750 500 9.4 0.10 外が十 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 米が十 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 水が十 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 水が十 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 — 20 61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.96 — 20			30	16	120	18	8	750	500	9.3	0.08	ダイシリケート	20
56 100 30 15 120 18 8 750 500 9.4 0.10 半分分十 20 57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.10 半分分十 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 半分分十 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 半分分十 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 — 20 61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 — 20		100	40	18	130	18	10	700	450	9.8	0, 10	<i>\$4785</i> +	20
57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 4/2/9/	55	98	45	21	120	17	12	680	450	10.0	0.08	外沙小	19
57 100 26 13 100 15 6 780 520 9.2 0.13 4/9/5-1 20 58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 4/9/5-1 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 4/9/5-1 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00 ——————————————————————————————————			30	15	120	18	8	750	500	9.4	0.10	 /	20
58 100 40 19 130 20 11 710 450 9.9 0.10 \$\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\rightarrow}\$ 20 59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.10 \$\frac{1}{2}\frac{1}{2}\rightarrow}\$ 20 60 100 20 13 100 15 8 870 200 8.8 1.00			26			15	6	780	520				20
59 100 35 18 130 19 9 740 490 9.5 0.12 //√///							11	710	450				20
61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 20	59	100	35	18 1	130	19	9	740	490	9.5			20
61 100 35 20 120 19 13 750 300 9.7 0.95 20							8	870	200	8.8	1.00		20
							13		300				
62 99 40 22 140 20 14 700 350 10.0 0.90 19	62	99	40	22 1	40	20	14	700	350				19

[0045]

【表6】

對於 (本)	マト	リックス	3	分散	相	抗污酸(MY)			酸化		収	
No.	度比 (%)	平均 長径 (µm)	平均72 少1 比	(hin) 各級	平均73	存在比率(件度)	393	1500°C	性額 (MPa・ m ^{1/2})	增(%)	結晶相	縮率 80
63	100	35	16	130	18	10	730	490	9,6	0. 10	94395-1	15
64	100	35	15	135	19	11	720	490	9,7	0. 11	94395-1	10
65	100	35	16	130	18	10	730	500	9. 5	0.10	ダイシリケート	5 2
66	98	40	18	140	20	12	700	450	9, 7	0.12	ダインタケート	
67	100	30	15	120	17	11	750	510	9.5	0, 10	ダイシリケート	15
68	100	35	18	130	17	10	740	520	9.6	0, 09	ダイシリケート	10
69	99	40	17	130	18	12	700	470	9.7	0, 12	ダイシリケート	5
70	97	45	20	130	18	13	680	420	9.9	0, 10	ダイシリケート	2
71 72 73 74 75 76	100 100 100 100 100 100 100	30 23 38 30 35 37	15 15 18 18 17	140 135 145 140 140	20 19 21 21 21 19	12 14 13 15 13	730 750 700 720 710 700	450 450 460 480	9.9 9.8 10.0 9.9 10.0	0.10 0.10 0.09 0.10	\$4595-1 \$4595-1 \$4595-1 \$4595-1	20 20 20 20 15 15

【0046】表1~6の結果によれば、周期律表第3a族元素酸化物量が1モル%より少ない試料No.5、35では緻密化不足となり、機械的特性が劣化する。また周期律表第3a族元素酸化物量が10モル%を超える試料No.6、36及びアルミニウム含有量が10モル%を超える試料No.10、40では所望の組織が得られず破壊靭性が劣化した。焼成条件においては、一次焼成温度が1600℃より低い試料No.23では全体が粗大化し緻密体が得られなかった。一方、一次焼成温度が1800℃より高い試料No.26では、分解が激しく緻密体が得られなかった。また二次焼成温度が1800℃より低い試料No.27では緻密体が得られなかった。一方、二次焼成温度が2000℃より高い試料No.29では愛化達素の粒成長が激しく強度劣化した。

Jan. 4. 2005 2:59PM

【0047】これらの比較例に対して本発明の窒化珪素 質焼結体は、常温強度600MPa以上、破壊靭性値8 MPa・m^{1/2} 以上の優れた特性が達成された。なお、A1₂ O₃ 量が1モル%を超える試料は、1500℃の高温強度および1500℃酸化重量増の測定ができず、高温強度の観点からはA1₂ O₃ 量は少ない方が望ましく、粒界相にメリライト、YAM、アパタイトなどが析出しているもの、また高温での耐酸化性の観点からは粒界相にダイシリケートが析出している方がよいことがわかる。

[0048]

【発明の効果】以上の通り、本発明の高報性窒化珪素質 焼結体によれば、窒化珪素粒子の柱状化した粗大粒子の みならず、微細な柱状粒子からなるマトリックス中に、 適量の柱状の粗大粒子を分散させ、それらの結晶粒子の 長径およびアスペクト比を制御することにより、高い強 度を有したまま、破壊靭性を大きく向上できることがで きる。